

**Міністерство освіти і науки України
Тернопільський національний технічний університет
імені Івана Пулюя**

Кафедра харчової біотехнології і хімії

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ
до лабораторної роботи № 6 з курсу
„Інструментальні методи аналізу”

***Оптичні методи аналізу. Визначення речовин у
розчині рефрактометричним методом***

для студентів напрямку 6.051702
"Технологічна експертиза та
безпека харчової продукції"

Тернопіль - 2017

**Міністерство освіти і науки України
Тернопільський національний технічний університет
імені Івана Пулюя**

Кафедра харчової біотехнології і хімії

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ
до лабораторної роботи № 6 з курсу
„Інструментальні методи аналізу”

***Оптичні методи аналізу. Визначення речовин у
розчині рефрактометричним методом***

для студентів напрямку 6.051702
"Технологічна експертиза та
безпека харчової продукції"

Тернопіль - 2017

Методичні вказівки до роботи № 6 з курсу „Інструментальні методи аналізу” для студентів напрямку 6.051702 "Технологічна експертиза та безпека харчової продукції"– Тернопіль: ТНТУ, 2017.

Укладачі:

ст.викл. Шпилик О.Б.

ст.викл. Кушнірук Н.В.

Рецензент:

к.б.н., доцент Сельський В. Р.

Відповідальний за випуск: ст. викл. Шпилик О.Б.

Методичні вказівки розглянуті і затверджені на засіданні кафедри харчової біотехнології та хімії

Протокол № 7 від” 18 ” травня 2017 р.

Схвалено методичною комісією факультету інженерії машин, споруд та технологій

Протокол № 8 від” 25” травня 2017 р.

Вступ

Методичні вказівки складені на основі програми дисципліни „Інструментальні методи аналізу” для студентів-бакалаврів напрямку для студентів напряму 6.051702 "Технологічна експертиза та безпека харчової продукції"

Робота в лабораторії, практичне засвоєння основ різних методів аналізу – найважливіша складова підготовки висококваліфікованих фахівців. Вивчення студентами практичного курсу вимагає від них вміння зосередитись на детальному вивченні властивостей хімічних елементів та їх сполук, стану речовини у розчинах, засвоєнні теоретичних основ найважливіших типів хімічних перетворень, що є основою різних методів аналізу. При виконанні лабораторних робіт студенти набувають навичок виконання найважливіших хімічних операцій. Їх знання, інтелект, здібності виявляться при виконанні контрольних робіт з аналізу як модельних, так і реальних об'єктів.

Лабораторні заняття є невід'ємною складовою частиною процесу вивчення курсу „Інструментальні методи аналізу”, оскільки сприяють глибшому розумінню і засвоєнню теоретичного матеріалу.

Лабораторні роботи необхідно виконувати свідомо, зі вмінням пояснювати всі деталі, з розумінням всіх явищ, які спостерігаються при виконанні дослідів. Лабораторним заняттям передуює ретельна домашня підготовка. При виконанні лабораторних дослідів необхідно точно дотримуватися послідовності операцій, вказаних в лабораторному практикумі.

При проведенні кожного досліді необхідно виконувати правила техніки безпеки, уважно спостерігати і фіксувати всі ті зміни, які проходять з речовинами, самостійно робити висновки з проведеного досліді. Результати дослідів слід оформляти, як того рекомендують методичні вказівки.

1. Теоретична частина

Інструментальні методи вивчення якісного та кількісного складу речовин є одним із розділів аналітичної хімії. В основу цих методів аналізу покладено взаємозв'язок між складом хімічної системи і будь-яким її фізичним параметром, що змінюється в процесі хімічної реакції. Отже, у фізико-хімічних методах аналізу використовують такі хімічні реакції, перебіг яких супроводжується зміною фізичних властивостей речовин. Ці методи класифікують за видом фізико-хімічних явищ, на яких вони засновані, а саме: оптичні, електрохімічні, хроматографічні та ін.

Оптичні методи ґрунтуються на вимірюванні оптичних властивостей розчинів речовин. До них відносять колориметрію, фотометрію, спектрофотометрію, нефелометрію, рефрактометрію, поляриметрію.

Рефрактометрія

Рефрактометричний метод аналізу ґрунтується на вимірюванні кута заломлення n світлового променя при переході його з одного середовища в інше, наприклад з води у скло. Таке явище супроводжується зміною напрямку світлового пучка (рис.1), яке оцінюють за величиною показника заломлення, що є відношенням синуса кута падіння α до синуса кута заломлення β :

$$n = \sin \alpha / \sin \beta \quad (1)$$

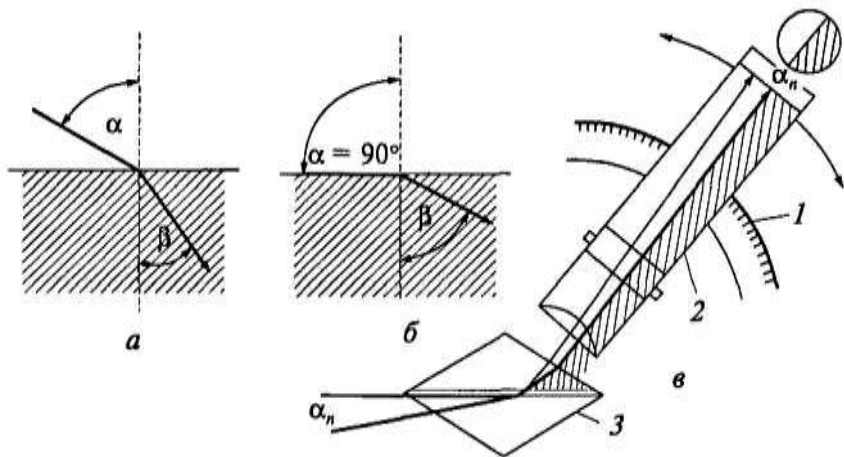


Рис. 1. Заломлення світлового променя і принцип дії рефрактометра:

а — заломлення променя; б— граничний кут заломлення; в — схема вимірювання показника заломлення: 1— шкала; 2 — компенсатор; 3 — призмий блок

Показник заломлення n — відношення швидкості світла в середовищах, що межують. Для рідин і твердих тіл n визначають зазвичай відносно повітря, для газів — відносно вакууму. Величина n залежить від довжини хвилі λ світла і температури. Тому виміри проводять в термостатованих умовах і в монохроматичному світлі.

Вимірювання показника заломлення при освітленні ВР світлом різної довжини хвилі одержуємо різні значення показника заломлення для тієї ж самої речовини.

n_F - блакитний колір; $\lambda_{\text{черв}} > \lambda_{\text{жовт}} > \lambda_{\text{блак}}$

n_c - червоний колір; $n_F > n_d > n_c$

n_d - жовтий колір.

Різниця значень показника заломлення $n_F - n_c$ називається дисперсією світла. Тому показник заломлення вимірюють в монохроматичному світлі (світлі, що має одну довжину хвилі).

Показник заломлення залежить також від природи й густини речовини та її концентрації. За сталих умов цей показник прямо пропорційний концентрації речовини.

Заломлюючі властивості речовини, які обумовлені будовою його молекули, характеризуються молярною рефракцією R_m і описуються рівнянням Лорентца-Лоренца:

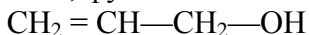
$$R_m = (n-1)M/(n+2)\rho,$$

де M - молекулярна маса речовини; ρ - густина речовини.

Молярна рефракція не залежить від температури і агрегатного стану речовини. Молярна рефракція хімічних сполук являє собою адитивну величину, що використовується для встановлення складу і будови органічних речовин. Молярну рефракцію обчислюють як суму відомих табличних атомних рефракцій та інкрементів кратних зв'язків. З іншого боку, вимірюють показник заломлення і густину речовини, що ідентифікується, при температурі 20°C. Ці величини, а також молекулярну масу речовини підставляють у рівняння для обчислення R_m . Якщо формула речовини спрогнозована вірно, в обох випадках повинна одержуватись практично однакова

молярна рефракція.

Для кожної органічної речовини рефракцію можна розрахувати також, як суму табличних рефракцій атомів, зв'язків, груп атомів, функціональних груп. Наприклад:



$$R = 3R(\text{C}) + 5R(\text{H}) + R(=) + R(\text{OH})$$

Зазвичай n визначають з точністю до 0,0001 тобто до 0.01% від величини, що вимірюється, на рефрактометрах, в яких вимірюють граничні кути повного внутрішнього відбиття; при цьому немає потреби надавати зразку певної геометричної форми. Найпоширенішими є рефрактометри з призмовими блоками і компенсаторами дисперсії Аббе, які дають змогу визначити n_D в "білому" світлі.

Принцип роботи цих приладів полягає у вимірюванні граничного кута заломлення. Якщо кут падіння променя дорівнює 90° , то промінь світла, що заломлюється в іншій фазі, утворює граничний кут заломлення (рис. 1.1, б). При цьому спостерігається така залежність:

$$n_1 = n_2 \sin \beta \quad (2)$$

Якщо показник заломлення (n_2) для одного із середовищ відомий, то показник заломлення другого середовища легко визначити, вимірявши граничний кут заломлення β . Граничний кут визначають по межі між світлом і тінню, яку спостерігають у рефрактометрі. Як одне із середовищ використовують скло (скляні призми) з відомим значенням n_2 , другим середовищем є розчин, показник заломлення якого потрібно виміряти.

Перед вимірюваннями перевіряють покази рефрактометра за дистильованою водою ($n_D^{20} = 1,3330$). Усі вимірювання проводять за сталої температури, оскільки величина n_D^t залежить від неї. Показник заломлення n_D^t позначають з індексами t і D . Перший індекс t показує температуру, за якої проводять вимірювання, другий індекс показує, що вимірювання проводять за жовтої лінії D спектра Натрію, оскільки в лабораторних рефрактометрах джерелом світла зазвичай є натрієва лампа, що випромінює жовте світло ($\lambda_D = 589,3$ нм).

Під час роботи з розчинами речовин спочатку вимірюють показник заломлення розчину, потім — розчинника, значення

якого віднімають від значення показника заломлення розчину. Показники заломлення n_D^{20} деяких розчинників: метанол — 1,3286, етанол — 1,3613, ацетон — 1,3591, хлороформ — 1,4456, вода — 1,3330.

Для рефрактометричних аналізів розчинів у широких діапазонах концентрацій використовують таблиці або емпіричні формули, найважливіші з яких (для розчинів сахарози, етанолу та ін.) затверджуються міжнародними угодами і лежать в основі побудови шкали спеціалізованих рефрактометрів.

Автоматичні рефрактометри використовують для безперервної реєстрації n у потоках рідин для контролю технологічних процесів, їх автоматичного управління, ректифікації, як універсальні детектори рідинних хроматографів.

Визначення концентрації речовини за показниками заломлення проводять кількома способами: методом калібрувального графіка, за таблицями показників заломлення і за рефрактометричним фактором. Калібрувальний графік будують, попередньо вимірявши показники заломлення стандартних розчинів з відомою концентрацією речовини. На осі ординат відкладають значення різниці показників заломлення стандартних розчинів і розчинника, на осі абсцис — концентрації речовини. Визначивши рефрактометром показник заломлення досліджуваного розчину, за калібрувальним графіком визначають його концентрацію. Для багатьох речовин складено таблиці, в яких наведено показники заломлення розчинів з відомою концентрацією (табл. 1).

Таблиця 1. Показники заломлення n_D^{17} розчинів деяких речовин

Речовина	Показник заломлення розчинів з масовою часткою, %				
	2	4	6	8	10
CaCl ₂	1,3354	1,3377	1,3400	1,3422	1,3445
KCl	1,3357	1,3383	1,3409	1,3434	1,3460
NaCl	1,3364	1,3397	1,3430	1,3462	1,3495
NaBr	1,3356	1,3383	1,3410	1,3436	1,3462
KI	1,3356	1,3382	1,3408	1,3434	1,3460

Крім графіків і таблиць для розрахунку концентрацій використовують рефрактометричний фактор F , який показує збільшення показника заломлення розчину при зростанні його концентрації на 1 %. Рефрактометричний фактор F (і концентрацію речовини) визначають за формулою

$$F = (n_p - n_o)/\omega, \quad (3)$$

де n_p і n_o — відповідно показники заломлення розчину і розчинника;

ω — масова частка розчиненої речовини в розчині.

Наприклад, для NaCl фактор F (використовуємо розчину n_D^{17} з масовою часткою 4 %) дорівнює

$$F = (1,3397 - 1,3332)/4 = 0,001625$$

За рефрактометричним фактором обчислюють концентрацію розчиненої речовини.

Рефрактометричний аналіз застосовують для визначення концентрації багатьох речовин: глюкози, спирту тощо. Він характеризується простотою і швидкістю виконання, його застосовують також для аналізу багатокомпонентних систем. Метод придатний для визначення концентрації речовин у розчинах, що мають відносно високі концентрації ($>1,0\%$). Аналіз розчинів меншої концентрації призводить до значних похибок.

Рефрактометрія - приклад оптичного експресного мікрометоду: для виміру показника заломлення потрібно 1-2 краплі розчину, що досліджується, визначення займає лише декілька хвилин.

Прилади в методі рефрактометрії

Рефрактометри бувають двох типів:

1) Аббе – найбільш поширені типу РЛ (лабораторні), РЛУ (лабораторні універсальні)

2) Пульфриха УРФ-23, УРФ-22

В рефрактометрах Аббе використовують денне або електричне світло, в рефрактометрах Пульфриха – водневі, ртутні або натрієві лампи.

Оптична схема рефрактометра типу Аббе

Так як рефрактометрія відноситься до оптичних методів аналізу, принцип роботи приладу – це оптична схема приладу, тобто схема проходження променя світла через прилад та ВР.

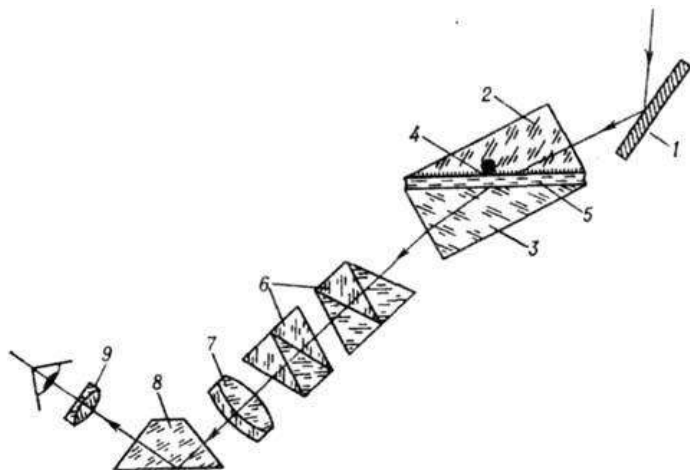


Рис.2. Оптична схема рефрактометра УРФ-22: 1 — освітлювальне дзеркало, 2 — допоміжна відкидна призма, 3 — основна вимірювальна призма, 4 — матована грань відкидної призми, 5 — досліджувана рідина, 6 — призми Амічі компенсатора, 7 — об'єктив зорової труби, 8 — поворотна призма, 9 — окуляр зорової труби

Будова приладу

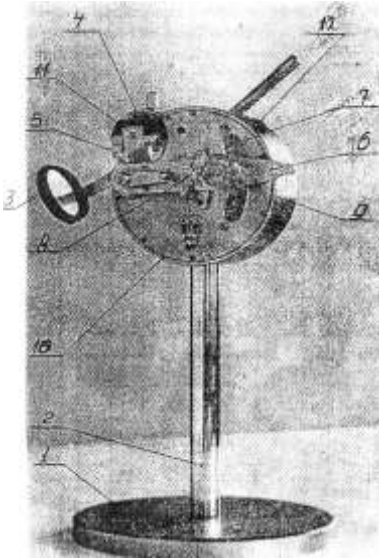


Рис.3. Рефрактометр Аббе.

Прилад рефрактометр Аббе (рис.3.) складається з:

- 1 - підставка, основа
- 2 - стояк
- 3 - дзеркала
- 4 - верхня призма (освітлювальна)
- 5 - нижня призма (вимірювальна)
- 6 - шкала
- 7 - рукоятка шкали з окуляром
- 8 - гвинт дисперсії
- 9 - окуляр
- 10 - корпус приладу
- 11 - шарніри призми
- 12 - кнопка корегування нуля
- 13 - штуцери для підведення води
- 14 - отвір для термометра
- 15 - віконця верхньої і нижньої камер

2. Експериментальна частина

Мета роботи - освоєння методу рефрактометрії на прикладах визначення вмісту хлориду натрію у природних мінералізованих водах та кальцій хлориду у водному розчині.

Дослід 2.1. Визначення вмісту хлориду натрію у природних водах підвищеної мінералізації методом рефрактометрії.

Обладнання, прилади і матеріали

Для виконання лабораторної роботи використовують серійний рефрактометр, стандартний хімічний посуд та хімічні реактиви.

Порядок виконання роботи

Метод базується на практично лінійній залежності показника заломлення водних розчинів (n) від вмісту в них хлориду натрію; останній знаходять за допомогою графіка.

Призмий блок рефрактометра промити дистильованою водою, висушити.

Приготувати серію водних розчинів хлориду натрію відомої концентрації від 0 до 200 г/л, і по 2-3 рази виміряти показник заломлення кожного з них. Обчислити середнє арифметичне значення n і за цими даними побудувати графік в координатах: вміст хлориду натрію, г/л розчину — показник заломлення.

$C_{NaCl},$ г/л	20	60	100	150	200
1. n_D^{20}					
2. n_D^{20}					
3. n_D^{20}					
n_D^{20} сер.					

Проба природної води підвищеної мінералізації, що піддається аналізу, (1-2 краплі) капіляром нанести на нижню призму рефрактометра і виміряти показник заломлення при

температурі $20 \pm 0,2^\circ\text{C}$. Виміри повторити 3-4 рази і визначити середнє арифметичне значення n . Користуючись градувальним графіком визначити вміст хлориду натрію в розчині, який був узятий для аналізу.

Оформлення результатів експерименту

Використовуючи одержані експериментальні дані, в робочому журналі побудувати калібрувальну криву. Додержуючись рекомендацій, за калібрувальною кривою знайти концентрацію хлориду натрію у контрольному розчині.

Отримані результати оформити та занести до робочого журналу.

Дослід 2.2. Визначення концентрації кальцій хлориду у водному розчині.

Обладнання, прилади і матеріали

Для виконання лабораторної роботи використовують серійний рефрактометр, стандартний хімічний посуд та хімічні реактиви.

Порядок виконання роботи

Призмовий блок рефрактометра промити дистильованою водою, висушити, нанести 2—3 краплі дистильованої води і виміряти показник заломлення. Отримане значення n_D^{20} прийняти за нульове. Виходячи з розчину кальцій хлориду з масовою часткою, що дорівнює 10 %, приготувати серію стандартних розчинів з масовою часткою 1, 2, 3, 4 % тощо, виміряти показники заломлення цих розчинів і визначити рефрактометричний фактор F . Потім виміряти показник заломлення досліджуваного розчину і за рівнянням

$$F = (n_p - n_o)/\omega$$

обчислити масову частку кальцій хлориду в розчині.

Отриманий результат занести до робочого журналу.

Оформлення лабораторних робіт

Після вивчення відповідного теоретичного матеріалу і методики аналізу, ознайомлення з приладами, які використовуються в роботі, практичного виконання аналізу і обробки його результатів студент в лабораторному журналі складає протокол лабораторної роботи. Останній складається з наступних розділів:

- 1) теоретичний вступ (висвітлюється наукова суть методу);
- 2) прилади, посуд, матеріали, реактиви (подається перелік матеріальної частини, яка використовується для аналізу);
- 3) хід роботи (описується послідовність операцій, які виконує студент під час підготовки до аналізу і самого аналізу);
- 4) результати аналізу і їх обробка (складається таблиця з результатами аналізу, за розрахунковою формулою обчислюється кінцевий результат, вказується похибка аналізу);
- 5) заключення (порівнюється результат даного аналізу з відповідними показниками якості, вказаними в стандартах).

Питання для самоконтролю

1. Вказати явище, на якому базується рефрактометрія.
2. Яку величину вимірюють в рефрактометричному методі аналізу?
3. Що таке показник заломлення?
4. Який кут називають граничним кутом заломлення?
5. Як змінюється показник заломлення при підвищенні температури і при зменшенні довжини хвилі світла?
6. В яких одиницях вимірюється показник заломлення? Яка точність цих вимірів?
7. Обчислити за рівнянням Лорентца-Лоренца молярну рефракцію декана $C_{10}H_{22}$, густина якого $0,73 \cdot 10^3 \text{ кг/м}^3$, $n_D^{20}=1,412$.
8. Обчислити молярну рефракцію фенолу C_6H_5OH як суму атомних рефракцій.

Література

1. Практикум з аналітичної хімії. Навч. Посіб. Для студ. вищ. навч. закл. / В.В.Болотов, Ю.В.Сич, О.М.Свечнікова та ін.; За аг. Ред.. В.В.Болотова. - Х: Вид-во НФаУ: Золоті сторінки.2003.- 240с.
- 2.Колісник, О.Г. Кизим, Т.В. Жукова, М.А. Зареченський, Т.А. Бережна; За заг. ред. В.В. Болотова. – Х.: Вид-во НФАУ; Золоті сторінки, 2003. –240 с.
3. Аналітична хімія: навчальний посібник / О.М. Гайдукевич, В.В. Болотов, Ю.В. Сич та інш. – Х.: Основа, Вид-во НФАУ, 2000. – 432 с.
4. Федущак Н,К. та інші. Аналітична хімія. Основи теорії та практика.-Нова Книга,2012.-640с.
5. Кузьма Ю.Б. Аналітична хімія.- Львів: ЛНУ, 2001.
6. Луцевич Д.Д., Мороз А.С.,Грибальська О.В. Аналітична хімія: підручник.- К.:Медицина, 2009.-416с.

Зміст

Вступ	3
1.Теоретична частина	4
2.Експериментальна частина	11
2.1.Визначення вмісту хлориду натрію у природних водах підвищеної мінералізації методом рефрактометрії.	11
2.2.Визначення концентрації кальцій хлориду у водному розчині.	12
Оформлення лабораторних робіт	13
Питання для самоконтролю	14
Література	15